

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen gasförmiger Verbindungen in der Außenluft
Messen von Innenraumluftverunreinigungen
Gaschromatografische Bestimmung
organischer Verbindungen
Aktive Probenahme durch Anreicherung auf Adsorbentien
Thermodesorption
Determination of gaseous compounds in ambient air
Determination of indoor air pollutants
Gas chromatographic determination
of organic compounds
Active sampling by accumulation on adsorbents
Thermal desorption

VDI 2100

Blatt 3 / Part 3

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.

Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.

The draft of this guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).

The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary note	2
Einleitung	3	Introduction	3
1 Anwendungsbereich	4	1 Scope	4
2 Formelzeichen	4	2 Symbols	4
3 Abkürzungen	5	3 Abbreviations	5
4 Grundlage des Verfahrens	5	4 Basis of the procedure	5
5 Geräte und Betriebsmittel	8	5 Equipment and process materials	8
5.1 Geräte zur Probenahme	8	5.1 Equipment for sampling	8
5.2 Geräte zur Analyse	8	5.2 Equipment for analysis	8
5.3 Betriebsmittel	9	5.3 Process materials	9
6 Durchführen der Messung	10	6 Execution of the measurement	10
6.1 Probenahme	10	6.1 Sampling	10
6.2 Probenaufgabe (Dosierung)	12	6.2 Sample injection	12
6.3 Analytische Bestimmung	13	6.3 Analysis	13
7 Kalibrieren und Überprüfen der Messwertanzeige	15	7 Calibration and verification of the measured value display	15
7.1 Allgemeines	15	7.1 General	15
7.2 Herstellen von Prüfgasen	16	7.2 Production of test gases	16
7.3 Kalibrieren	16	7.3 Calibration	16
7.4 Ermitteln der Blindwerte und Störungen	17	7.4 Determination of blank values and disturbances	17
7.5 Identifizieren	18	7.5 Identification	18
7.6 Berechnen des Ergebnisses	19	7.6 Calculation of the result	19

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5: Analysen und Messverfahren II

	Seite
8 Verfahrenskenngrößen	19
8.1 Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen	19
8.2 Ermitteln der Durchbruchsvolumina	22
8.3 Lagerfähigkeit der Proben	23
8.4 Standardabweichung aus Doppelbestimmungen	23
8.5 Standardabweichung von Wiederholbestimmungen	24
8.6 Messunsicherheit	24
8.7 Querempfindlichkeiten	24
9 Qualitätssicherung	25
9.1 Allgemeines	25
9.2 Anforderungen an das Management	26
9.3 Technische Anforderungen	26
Anhang A Manuelle Verfahren mit Kühlfalle (Cryo-Trap)	30
A1 Variante A1	30
A2 Variante A2	33
Anhang B Automatisches Verfahren ohne Kühlfalle (Cryo-Trap)	40
B1 Applikation	40
B2 Gerätebeschreibung	40
B3 Betriebsparameter	40
B4 Verfahrenskenngrößen	42
Anhang C Herstellungsverfahren von Prüfgasen	44
Anhang D Sichere Probenahmevolumina und physikalische Daten	46
Schrifttum	59

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser VDI-Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechts und unter Beachtung der Lizenzbedingungen (www.vdi-richtlinien.de), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser VDI-Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter www.vdi.de/2100.

	Page
8 Performance characteristics	19
8.1 Detection, identification and quantification limits	19
8.2 Calculation of the breakthrough volumes	22
8.3 Storability of the samples	23
8.4 Standard deviations of parallel determinations	23
8.5 Standard deviations of repeat determinations	24
8.6 Measurement uncertainty	24
8.7 Cross-sensitivities	24
9 Quality assurance	25
9.1 General	25
9.2 Requirements for management	26
9.3 Technical requirements	26
Annex A Manual methods with cryo-trap	30
A1 Variant A1	30
A2 Variant A2	33
Annex B Automatic method without cryo-trap	40
B1 Application	40
B2 Equipment description	40
B3 Operating parameters	40
B4 Performance characteristics	42
Annex C Methods of test gas production	44
Annex D Safe sampling volumes and physical data	46
Bibliography	59

Preliminary note

The content of this guideline has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the guideline VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this guideline without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions specified in the VDI Notices (www.vdi-richtlinien.de).

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this guideline.

A catalogue of all available parts of this series of guidelines can be accessed on the internet at www.vdi.de/2100.

Einleitung

Die Luftverunreinigung durch organische Verbindungen hat als allgemeines Problem der Lufthygiene sowohl in der Außen- als auch in der Innenraumluft große Bedeutung. Immissionen gasförmiger organischer Stoffe finden sich insbesondere in der näheren Umgebung industrieller Anlagen und in den Siedlungsräumen der Ballungsgebiete. Diese Luftverunreinigungen entstammen beispielsweise folgenden Quellen:

- a) in der Außenluft:
 - Anlagen zur Herstellung und Verarbeitung chemischer Produkte
 - Anlagen zur Verarbeitung, zum Transport und zur Lagerung von Mineralöl und Folgeprodukten
 - Kraftfahrzeuge
 - Anlagen zur Energieerzeugung
 - industrielle und häusliche Feuerungsanlagen
 - kleingewerbliche Betriebe
 - landwirtschaftliche Betriebe
- b) in der Innenraumluft:
 - Möbel, Bodenbeläge und Wandbehänge
 - Tapeten und Anstriche
 - Haushaltschemikalien
 - Textilien
 - raumluftechnische Anlagen
 - Tabakrauch
 - Baustoffe (z.B. Spanplatten)
 - offene Feuerstellen und Gasherde

Darüber hinaus ist eine gewisse Grundbelastung durch natürliche Quellen gegeben. Durch fotochemische Reaktionen können aus den primär in der Luft vorhandenen organischen Verbindungen zusätzlich noch andere Komponenten entstehen.

Eine Bestimmung der Summenkonzentration organischer Substanzen ist wenig informativ. Hierbei handelt es sich stets um ein sehr komplexes Gemisch, in dem die Konzentration von hygienisch relevanten Einzelkomponenten meist um mehrere Größenordnungen unter der Summenkonzentration liegt. Brauchbare Ergebnisse für die Beurteilung der Immissionen liefert daher erst die qualitative und quantitative Analyse der Mischung. Für eine derartige Analyse im Konzentrationsbereich von wenigen Mikrogramm je Kubikmeter ist daher häufig eine Anreicherung der organischen Spurenkomponenten aus der Luft erforderlich.

Die Richtlinienreihe VDI 2100 enthält Beschreibungen der selektiven Messung von Immissionen organischer Verbindungen mit gaschromatografischen Methoden. Die Richtlinienreihe VDI 4300 enthält Be-

Introduction

Air pollution with organic compounds is of great importance as a general problem of air hygiene both in ambient and indoor air. Gaseous organic air pollutants are particularly common near industrial plants and in densely populated areas. These air pollutants may come from sources like the following:

- a) in ambient air:
 - chemical products manufacturing and processing plants
 - plants for processing, transporting and storing mineral oil and its derivatives
 - motor vehicles
 - energy production plants
 - industrial combustion plants and firing installations
 - small-scale businesses
 - agrarian businesses
- b) in indoor air:
 - furniture, flooring, wall covering
 - wallpapers and paints
 - household chemicals
 - textiles
 - air conditioning equipment
 - tobacco smoke
 - building materials (e.g. chipboard)
 - open fireplaces and gas ranges

Apart from this, there is a certain background contamination from natural sources. An added source may be photo-chemical reactions with primary organic air-borne compounds, creating even more components.

Determining the sum concentration of organic substances is of little informative value, as this is always a very complex mixture, with the concentrations of hygienically relevant components lying several orders of magnitude below the sum concentration. Usable results for the assessment of emissions can thus only be provided by a qualitative and quantitative analysis of the gas mixture. For such an analysis in concentration ranges of a few micrograms per cubic metre, it frequently is necessary to enrich the gas samples by accumulating the trace components from the air.

Guideline series VDI 2100 describes the selective measurement of organic compounds in ambient air by means of gas chromatographic methods. Guideline series VDI 4300 describes the approach for indoor air

schreibungen zur Vorgehensweise bei Innenraumluftmessungen.

In der vorliegenden Richtlinie wird die anreichernde Probenahme von flüchtigen organischen Substanzen auf polymeren organischen Sorbenzien oder Molekularsieben beschrieben. Zur gaschromatografischen Analyse werden die Verbindungen durch Zufuhr von Wärmeenergie thermisch desorbiert.

Die Richtlinie beschreibt das Vorgehen bei der Probenahme, der Probenaufgabe und der chromatografischen Trennung. Ausführungsbeispiele mit Angaben von Verfahrenskenngrößen werden in Anhang A und Anhang B vorgestellt.

Für die Anwendung dieser Richtlinie werden Grundkenntnisse der Gaschromatografie vorausgesetzt.

Fachbegriffe in den Anhängen sind den Gerätehandbüchern entnommen.

Wichtiger Hinweis:

Beim Umgang mit Chemikalien, Druckgasbehältern usw. sind die einschlägigen Bestimmungen des Arbeitsschutzes zu beachten.

1 Anwendungsbereich

Bei dem hier beschriebenen Verfahren handelt es sich um ein diskontinuierlich arbeitendes Verfahren mit einer von der gaschromatografischen Analyse getrennten Probenahme. Die Methode ist flexibel und kann unterschiedlichen Messaufgaben angepasst werden. Das Messzeitintervall kann variiert werden, sodass Probenahmezeiten von wenigen Minuten bis zu mehreren Stunden möglich sind. Das hier beschriebene Verfahren ist daher auch für Messungen geeignet, die auf der EU-Richtlinie 2008/50/EG und den darauf basierenden Regelungen beruhen. Das Verfahren lässt sich in Teilschritten oder vollständig automatisieren.

measurements.

This guideline describes the accumulative sampling of volatile organic substances on organic polymer sorbents or molecular sieves. Before gas chromatographic analysis, the compounds are thermally desorbed by adding heat energy.

The guideline describes the procedures of sampling, sample injection and chromatographic separation. Execution examples with specifications of performance characteristics are given in Annex A and Annex B.

The use of this guideline requires basic knowledge of gas chromatography.

The technical terms in the annexes are taken from the system manuals.

Important remark:

When handling chemicals, pressurised gas bottles, etc., the relevant industrial safety regulations shall be observed.

1 Scope

The method described here is a discontinuous procedure with sampling carried out separately from gas chromatographic analysis. The method is flexible and can be adapted to different measurement tasks. The measurement intervals can be varied, enabling sampling durations from a few minutes up to several hours. The method described here is therefore also suitable for measurements based on the EU Directive 2008/50/EC and the rules derived from it. The procedure can be automated in part or in whole.